

POWERED BY Dialog

Aminopyrimidine azo-methine dye prodn. for colour photography - prepd. by oxidative coupling of aminopyrimidine and e.g. P-phenylenediamine
Patent Assignee: FUJI PHOTO FILM CO LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 2300264	A	19901212	JP 89120374	A	19890516	199105	B

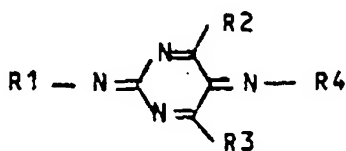
Priority Applications (Number Kind Date): JP 89120374 A (19890516)

Abstract:

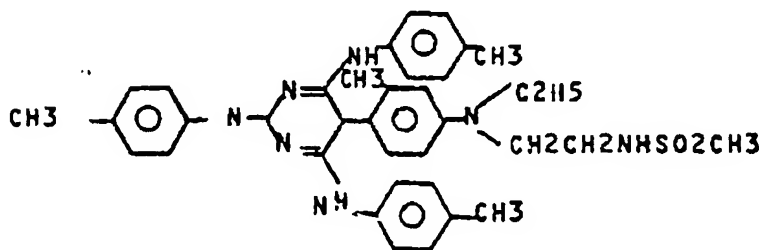
JP 2300264 A

An aminopyrimidine azomethine dye of formula (I) is new. In (I) R1=alkyl, aryl or a heterocyclic ring, each R2-3=H, halogen, alkyl, aryl, alkoxy, aryloxy, heterocycloxy, alkylthio, arylthio, heterocycloxythio or amino independently and R4=aryl. Oxidn. coupling reaction of an aminopyrimidine and a p-phenylenediamine or a p-nitrophenol or condensation dehydration reaction of an amino-pyrimidine and a nitroso cpd. gives a cpd. of formula (I).

USE/ADVANTAGE - Dyes have colour fastness, esp. heat fastness, and are economically mfd. in fewer steps and used for image forming dyes for colour photography and electrophotography, ink jet and heat sensitive transfer recording and printing, photo-sensitive materials for colour photography and filter dyes for solid state image devices and colour liq. crystal TV sets. In an example into soln. of 2g 2,4,6-p-toluidinopyrimidine, 3.3g 4-(N-ethyl-N-(2-methane sulphonamidoethyl) amino)-2-methylaniline sulphate and 5.3g sodium carbonate in a mixed solvent of 30 ml ethyl acetate, 30 ml ethanol and 30 ml water at room temp. with stirring, is added dropwise 30 ml soln. contg. 2.3g ammonium persulphate in water; the mixed soln. is stirred for 30 min. and filtered and the filtered mass is washed with water and ethyl acetate and dried and purified by dispersing it into hot methanol to give 3.5g of a cpd. of formula (II) with a m.pt. of 250 deg.C and an lambda max. and an epsilon at a concn. of 2.0x10 power (-5) mol/l in methanol of 569.3 nm and 70200 mol (-1), cm (-1). (9pp Dwg.No.0/6)



(I)



(II)

Derwent World Patents Index

© 2004 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 8527966

POWERED BY **Dialog**

Basic Patent (Number,Kind,Date): JP 2300264 A2 901212

PATENT FAMILY:

Japan (JP)

Patent (Number,Kind,Date): JP 2300264 A2 901212

AMINOPYRIMIDINEAZOMETHINE PIGMENT AND PREPARATION THEREOF (English)

Patent Assignee: FUJI PHOTO FILM CO LTD

Author (Inventor): KOBAYASHI HIDETOSHI; OI REIICHI

Priority (Number,Kind,Date): JP 89120374 A 890516

Applic (Number,Kind,Date): JP 89120374 A 890516

IPC: * C09B-055/00; B41M-005/30; C07D-239/50; G02B-005/22; G03C-007/32; G03G-015/01

CA Abstract No: ; 114(24)230675A

Derwent WPI Acc No: ; C 91-032050

JAPIO Reference No: ; 150076C000102

Language of Document: Japanese

INPADOC/Family and Legal Status

© 2004 European Patent Office. All rights reserved.

Dialog® File Number 345 Accession Number 9607864

⑫ 公開特許公報(A)

平2-300264

⑤Int. Cl.⁵

C 09 B 55/00
B 41 M 5/30
C 07 D 239/50
G 02 B 5/22
G 03 C 7/32
G 03 G 15/01

識別記号

B

庁内整理番号

6917-4H

③公開 平成2年(1990)12月12日

6529-4C

7448-2H

7915-2H

6777-2H

6715-2H

B 41 M 5/26

K

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全9頁)

⑭発明の名称 アミノピリミジンアゾメチン色素とその製造方法

⑰特 願 平1-120374

⑱出 願 平1(1989)5月16日

⑲発 明 者 小 林 英 俊 神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真フイルム株式会社内

⑳発 明 者 大 井 令 一 神奈川県小田原市扇町1丁目2番1号 富士写真フイルム株式会社内

㉑出 願 人 富士写真フイルム株式会社 神奈川県南足柄市中沼210番地

㉒代 理 人 弁理士 飯田 敏三

日 月 年 日 時 分 秒

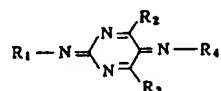
1. 発明の名称

アミノピリミジンアゾメチン色素と
その製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 下記一般式〔I〕で表わされるアミノピリミジンアゾメチン色素。

一般式〔I〕



(式中、R₁はアルキル基、アリール基または複素環基を示し、R₂及びR₃はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、複素環オキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、複素環チオ基またはアミノ基を示し、R₄はアリール基を示す。)

(2) アミノピリミジン類とパラフェニレンジアミン類もしくはパラアミノフェノール類との酸化カップリング反応またはアミノピリミジン類とニトロ化合物との脱水縮合反応を行わせることにより請求項(1)記載の一般式〔I〕で表わされる化合物を得ることを特徴とするアミノピリミジンアゾメチン色素の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はカラー写真、カラー電子写真、インクジェット方式、感熱転写方式、印刷等における画像形成用色素あるいはカラー写真感光材料用、固体撮像管やカラー液晶テレビ用フィルター染料として有用な新規なアミノピリミジンアゾメチン色素とその製造方法に関するものである。

(従来の技術)

アゾメチン色素、特にp-ジアルキルアミノフェニル基がイミンの窒素原子に結合したアゾメチン色素は活性メチレン類やフェノール類とN、N-ジアルキル-p-フェニレンジアミン類との

酸化カップリング反応により形成され、しかも色調がイエロー、レッド、マゼンタ、ブルー、シアンの多岐に亘るためイエロー、マゼンタ、シアンの三色混合による減色法を用いるハロゲン化銀カラー写真感光材料における画像形成用色素として広く用いられてきている。フェノール類、ナフトール類や2, 4-ジフェニルイミダゾール類等からはブルーないしシアン染料が形成され、5-ピラゾロン類、アシルアセトニトリル類、1H-ピラゾロ〔1, 5-a〕ベンズイミダゾール類、1H-ピラゾロ〔5, 1-c〕-1, 2, 4-トリアゾール類、1H-ピラゾロ〔2, 3-b〕-1, 2, 4-トリアゾール類等からはマゼンタないしブルー色素が形成され、アシルアセトアニリド類、ジアシルメタン類、マロンジアニリド類等からはイエロー色素が形成される。このような色素については特開昭60-186567号、同63-145281号及び同63-113077号などに記載がある。

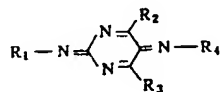
近年、カラー電子写真、インクジェット方式、

本発明の目的は第4にこのような品質の優れた新規なアミノピリミジンアゾメチン色素の製造方法を提供することにある。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは、上記目的を満たすアゾメチン色素を開発すべく鋭意研究を重ねた結果、下記一般式〔I〕で表わされるアミノピリミジンアゾメチン色素により上記目的が達成されることを見出した。

一般式 (I)



(式中、R₁はアルキル基、アリール基または複素環基を示し、R₂及びR₃はそれぞれ独立に水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アリール基、アルコキシ基、アリールオキシ基、複素環オキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、複素環チオ基またはアミノ基を示し、R₄はアリール基を示す。)

感熱転写方式等新しいカラー画像形成方法が提案されるようになり、また一方ではエレクトロニクスイメージングの発展と相俟って固体撮像管やカラー液晶テレビ用フィルターの需要が増大し、アゾメチン色素がカラー写真用のみならず様々なシステムあるいは商品において応用、検討されるようになった。

(發明が解決しようとする課題)

しかしながら従来のアゾメチン色素は製造の工程数が多く高コストであったり、堅牢性に劣る等の欠点を持つものが多く改良が強く望まれていた。

従って本発明の目的は第1に新規なアミノピリ
ミジンアゾメチン色素を提供することにある。

本発明の目的は第 2 に製造の工程数が少なく安価なアミノピリミジンアゾメチン色素を提供することにある。

本発明の目的は第 3 に堅牢性、特に熱に対する堅牢性に優れたアミノピリミジンアゾメチン色素を提供することにある。

以下、一般式〔I〕で表わされるアミノピリミジンアゾメチン染料について詳しく説明する。

R、またはR'のアミノ基は置換アミノ基でも無置換アミノ基でもよいが、置換アミノ基の場合のアミノ基上の置換基としてアルキル基、アリール基、複素環基、アシル基、アルキルスルホニル基、アリールスルホニル基またはアルコキシカルボニル基があげられる。

R₁、R₂、R₃またはアルキル基、アリール基または複素環基を含むときこれらの基はハロゲン原子、ニトロ基、シアノ基、カルボキシ基、スルホ基、ヒドロキシ基、アルキル基、アリール基、複素環基、アルコキシ基、アリールオキシ基、複素環オキシ基、アルキルチオ基、アリールチオ基、イミド基、アミノ基、カルボンアミド基、スルホンアミド基、カルバモイル基、スルファモイル基、アシル基、アシルオキシ基、アルコキシカルボニル基、アリールオキシカルボニル基、アルコキシスルホニル基、アリールオキシスルホニル基、ウレイド基、アルコキシカルボニル

アミノ基、アリールオキシカルボニルアミノ基、スルファモイルアミノ基、アルキルスルホニル基またはアリールスルホニル基の中から選ばれる基で置換されていてもよい。

R₁は好ましくは炭素原子数1~24のアルキル基(例えばメチル、ブチル、セブチル、シクロヘキシル、ドデシル、オクタデシル、ベンジル、メトキシエチル、フェノキシエチル)、炭素原子数6~24のアリール基(例えばフェニル、p-トリル、p-セブチルフェニル、o-トリル、p-メトキシフェニル、p-クロロフェニル、p-ブトキシフェニル、m-オクチルオキシフェニル、p-ジメチルアミノフェニル、1-ナフチル、2-ナフチル、4-ビフェニル、p-シアノフェニル、p-ヒドロキシフェニル、p-テトラデシルオキシフェニル、3,4-ジクロロフェニル、スルホフェニル、p-カルボキシフェニル、p-セブチルフェニル、p-ヘキシルフェニル、p-オクチルフェニル)または炭素原子数1~24の複素環基(例えば2-ピリジル、

3-ピリジル、4-ピリジル、2-ピリミジル、2-キノリル、3-キノリル、2-チアゾリル、2-ベンゾオキサゾリル、2-ベンゾチアゾリル、2-ベンズイミダゾリル、2-イミダゾリル、3-ピラゾリル、1,2,4-トリアゾール-3-イル)である。

R₂及びR₃は好ましくは水素原子、ハロゲン原子(フッ素原子、塩素原子、臭素原子、碘素原子)、炭素原子数1~24のアルキル基(例えばメチル、ブチル、ドデシル、ベンジル、トリフルオロメチル)、炭素原子数6~24のアリール基(例えばフェニル、1-ナフチル)、炭素原子数1~24のアルコキシ基(例えばメトキシ、ブトキシ、2-エチルヘキシルオキシ、ドデシルオキシ、ベンジルオキシ、メトキシエトキシ)、炭素原子数6~24のアリールオキシ基(例えばフェノキシ、p-メトキシフェノキシ、p-ブトキシフェノキシ、p-セブチルフェノキシ、p-セブチルフェノキシ、p-オクチルオキシカルボニルフェノキシ、m-ペンタデシルフェノキシ、

p-シアノフェノキシ)、炭素原子数1~24の複素環オキシ基(例えば2-ピリジルオキシ、3-ピリジルオキシ、1-フェニルテトラゾール-5-イルオキシ)、炭素原子数1~24のアルキルチオ基(例えばメチルチオ、オクチルチオ、ドデシルチオ、ベンジルチオ、カルボキシメチルチオ)、炭素原子数6~24のアリールチオ基(例えばフェニルチオ、p-セブチルフェニルチオ、p-ドデシルフェニルチオ)または炭素原子数0~24のアミノ基(例えばアミノ、メチルアミノ、ジメチルアミノ、ジエチルアミノ、ピロリジノ、ピベリジノ、モルホリノ、ブチルアミノ、ドデシルアミノ、アニリノ、2-トルイジノ、4-トルイジノ、4-メトキシアニリノ、4-クロロアニリノ、4-ブトキシアニリノ、4-オクチルオキシアニリノ、4-テトラデシルオキシアニリノ、4-ブチルアニリノ、4-セブチルアニリノ、4-セブチルオクチルアニリノ、4-ヘキシルアニリノ、4-オクチルアニリノ、3,4-ジメトキシアニリノ、4-ジメチルアミノアニ

リノ、3,4-ジクロロアニリノ、2-クロロ-4-ドデシルオキシカルボニルアニリノ、4-スルホアニリノ、4-カルボキシアニリノ、1-ナフチルアミノ、2-ナフチルアミノ、4-ヒドロキシアニリノ、N-メチルアニリノ、3-ピリジリアミノ、2-ベンゾオキサゾリルアミノ、2-ベンゾチアゾリルアミノ、2-ベンズイミダゾリルアミノ、2-キノリルアミノ)である。

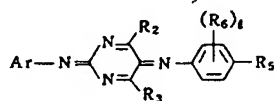
R₄は好ましくは炭素原子数6~24のアリール基(例えばフェニル、4-メトキシフェニル、4-クロロフェニル、4-ジメチルアミノフェニル、4-ジエチルアミノフェニル、4-ジエチルアミノ-2-メチルフェニル、4-[N-エチル-N-(2-ヒドロキシエチル)アミノ]-2-メチルフェニル、4-[N-メチル-N-(2-メタンスルホンアミドエチル)アミノ]-2-メチルフェニル、4-ヒドロキシフェニル)である。

R₅はさらに好ましくはアリール基であり、R₆及びR₇はさらに好ましくは水素原子、ハロ

ゲン原子、アリールオキシ基、アリールチオ基または置換もしくは無置換アミノ基であり、特に好ましくは置換もしくは無置換アミノ基である。

本発明のアミノピリミジンアゾメチン染料は特に好ましくは下記一般式〔II〕により表わされる。

一般式〔II〕

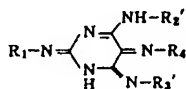
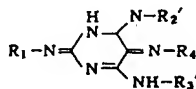
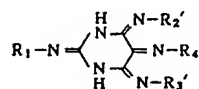
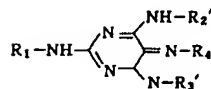
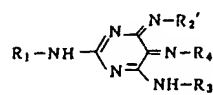
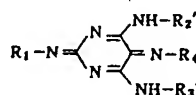


(一般式〔II〕においてArは一般式〔I〕においてR₁がアリール基である場合に同義であり、R₂、及びR₃は一般式〔I〕におけるR₂、R₃にそれぞれ同じであり、R₄は置換もしくは無置換アミノ基またはヒドロキシル基を表わし、R₅はハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、カルボンアミド基、スルホンアミド基またはアルコキシカルボニルアミノ基を表わし、 ℓ は0~4の整数を表わす。ただし、 ℓ が複数のとき複数の

R₆は同じでも異なってもよい。)

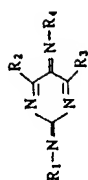
一般式〔II〕においてR₂、及びR₃は好ましくは水素原子、ハロゲン原子、アリールオキシ基、アリールチオ基または置換もしくは無置換アミノ基であり、より好ましくはR₂、及びR₃の少なくとも一方は置換もしくは無置換アミノ基である。

一般式〔I〕で表わされる化合物は種々の互変異性体が考えられるが、本発明のアミノアゾメチン染料はこれらを含むことは言うまでもない。R₂、及びR₃が一置換アミノ基(−NHR₂'、−NHR₃')である場合を例にとって互変異性体を示す。



一般式〔I〕で表わされるアミノピリミジンアゾメチン染料は置換基R₁、R₂、R₃、及びR₄の選択及び/または分散条件によりイエロー、オレンジ、レッド、マゼンタ、ブルー、シアン、バイオレット等様々な色調を与えることが可能であるが、オレンジ、レッド、マゼンタ、ブルーの色調が一般的であり、やや赤味のマゼンタないしブルーの色調がより一般的である。

以下に本発明のアミノピリミジンアゾメチン染料の具体的化合物例を示すが、本発明はこれらに限定されることはない。



番号	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄
1		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ NHSO ₂ CH ₃
2		-NH-	-NH-	
3		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ OH
4		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
5		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ NHSO ₂ CH ₃
6		-NH-	-H	同上
7		-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₃	同上
8		-NH-	-O-	同上
9		-NH-	-S-	同上
10		-NH-	-NH-	同上
11		-NH-	-NH-	同上
12		-NH-	-NH-	同上
13		-NH-	-NH-	同上
14		-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₃	同上
15		-NH-	-NH-	同上

16		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ NHSO ₂ CH ₃
17		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
18		-NH-	-NH-	
19		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
20		-NH-	-N	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ NHSO ₂ CH ₃
21		-NH-	-NH-	同上
22		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
23		-NH-	-NH-	同上
24		-H	-H	NHCOOCH ₃ -N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
25		-O-	-H	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
26		-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₃	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₃	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ CH ₃
27		-NH-	-NH-	
28		-NH-	-NH-	
29		-NH-	-NH-	-N(C ₂ H ₅) CH ₂ CH ₂ NHSO ₂ CH ₃
30		-NH-	-NH-	同上

一般式〔I〕で表わされるアミノピリミジンアゾメチン色素は、例えばアミノピリミジン類とパラフェニレンジアミン類またはパラアミノフェノール類との酸化カップリング反応、またはニトロソ化合物との脱水縮合反応を行わせることにより得ることができる。

ここでアミノピリミジン類はモノ、ジもしくはトリハロゲンピリミジン類とアンモニア、モノ置換アミン、ジ置換アミン、アルコール、フェノール、チオール類とを一挙に、あるいは逐次反応させることにより調製することができる。

アミノピリミジン類の合成において、塩基として水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、ピリジン、トリエチルアミン、*tert*-ブトキシカリウム、ジアザビスクロウンデセン、水素化ナトリウム等を用いるのが好ましいが、アミン類を置換する場合は塩基を添加せずにアミン類を過剰に用いてもよい。反応溶媒としてはN、N-ジメチルホルムアミド、N、N-ジメチルアセトアミド、N、N'-ジメチルイミダゾリン-2-オン、ジメチ

ルスルホキシド、ヘキサメチルホスホリルトリアミド、アセトニトリル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、ジグライム、トルエン、キシレン等が好ましい。反応温度は-78℃から200℃、好ましくは-20℃から160℃の範囲である。

アミノピリミジン類とパラフェニレンジアミン類またはパラアミノフェノール類との酸化カップリング反応において、酸化剤として硝酸銀、二酸化マンガン、ハロゲン化銀、過硫酸アンモニウム、過硫酸カリウム、過酸化水素、過酸類、N-プロモスクシンイミド、クロラミンT等が好ましく、反応は塩基性条件下で行うのが好ましい。反応溶媒は水、メタノール、エタノール、エーテル、酢酸エチル、塩化メチレン、クロロホルム、トルエン、テトラヒドロフラン、ジオキサンやこれらの混合溶媒が好ましい。塩基としては水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム等が好ましく、パラフェニレンジアミン類またはパラアミノフェノール類に対して0.1当量~20当量、好

ましくは0.5当量~10当量用いる。前記酸化剤はパラフェニレンジアミン類またはパラアミノフェノール類に対し0.5~10当量、好ましくは1当量~5当量用いる。反応温度は-78℃~100℃、好ましくは-20℃~50℃である。

アミノピリミジン類とニトロソ化合物との反応はアミノピリミジン類に対し0.1~3当量、好ましくは0.5~2当量のニトロソ化合物を用い、メタノール、エタノール、テトラヒドロフラン、イソプロパノール、ジオキサン、酢酸等の溶媒中で行う。このとき酸触媒（例えば硫酸、塩酸、リン酸、パラトルエンスルホン酸、メタンスルホン酸、トリフルオロメタンスルホン酸、トリフルオロ酢酸、酢酸）または塩基触媒（炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、酢酸ナトリウム、*tert*-ブトキシカリウム、ナトリウムメトキシド、ジアザビスクロウンデセン）を0.001当量~10当量、好ましくは0.1当量~5当量用いてもよい。触媒としては塩基触媒が好ましい。反応温度は-20℃~200℃、好ましくは0℃~150℃である。

(実施例)

次に本発明を実施例に基づきさらに詳細に説明する。

実施例1 例示化合物5の合成

2,4,6-トリクロロピリミジン5.5g、*p*-トルイジン12.9g、炭酸カリウム22gをN、N-ジメチルホルムアミド50mlに分散し、攪拌しながら徐々に加熱し、100℃で1時間、170℃で2時間加熱した。反応液に水200mlを加え析出した固体をろ過し、乾燥した。*n*-ヘキサン-酢酸エチル混合溶媒を展開液とし、シリカゲルを充填剤としてカラムクロマトグラフィーにより分割し、それぞれを濃縮し、アセトニトリルより晶析することにより、2,4,6-トリ-*p*-トルイジノピリミジン4.4g及び4-ジメチルアミノ-2,6-ジ-*p*-トルイジノピリミジン3.4gを得た。

2,4,6-*p*-トルイジノピリミジン2g、4-[N-エチル-N-(2-メタンスルホンアミドエチル)アミノ]-2-メチルアニリン硫酸塩3.3g及び炭酸ナトリウム5.3gを酢酸エ

チル30cc、エタノール30cc及び水30ccの混合溶媒に溶解、分散し、室温で攪拌下過硫酸アンモニウム2.3gの30cc水溶液を滴下した。30分攪拌後析出した色素をろ過し、水及び酢酸エチルで洗浄後乾燥した。さらに得られた色素を熱メタノールに分散し精製することにより目的とする例示化合物5を3.5g得た。融点は250℃以上であった。なお、化合物の構造は元素分析¹H NMR スペクトル及びマススペクトルにより同定した(以下同様)。本化合物のメタノール中、約 2.0×10^{-4} mol/lの濃度での最大吸収波長 λ_{\max} 及び分子吸光係数 ϵ はそれぞれ次の通りであった。

$\lambda_{\max} 569.3\text{nm}$ 、 $\epsilon 70200 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

実施例2 例示化合物7の合成

2, 4, 6-トリ-*p*-トルイジノピリミジン2gの代りに4-ジメチルアミノ-2, 6-ジ-*p*-トルイジノピリミジン1.8gを用いた以外は実施例1と同様にして目的とする例示化合物7を2.4g得た。融点は250℃以上であっ

ることにより2, 4, 6-トリアニリノピリミジン5.3gを得た。

2, 4, 6-トリアニリノピリミジン1.8g及びニトロソベンゼン0.6gより実施例3と同様にして目的とする例示化合物2を1.2g得た。融点は250℃以上であった。

$\lambda_{\max} 491.7\text{nm}$ 、 $\epsilon 21000 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

実施例5 例示化合物1の合成

2, 4, 6-トリアニリノピリミジン1.8g及びN-エチル-N-(2-メタンサルホンアミドエチル)3-メチル-4-ニトロソアニリン1.43gより実施例3と同様にして目的とする例示化合物1を2.5g得た。融点は250℃以上であった。

$\lambda_{\max} 566.1\text{nm}$ 、 $\epsilon 61000 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

実施例6~8

例示化合物10、11、12の合成

2, 4, 6-トリクロロピリミジン及び

クロロアニリン、*p*-アニシジンまたはβ-ナフチルアミンを出発原料として実施例4と同様にして

た。

$\lambda_{\max} 543.7\text{nm}$ 、 $\epsilon 34700 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

実施例3 例示化合物4の合成

2, 4, 6-トリ-*p*-トルイジノピリミジン2.0g、N, N-ジメチル-*p*-ニトロソアニリン0.75g及び炭酸カリウム1.4gをエタノール50ccに溶解、分散し、攪拌下5時間加熱還流した。冷却後水300cc、酢酸エチル200ccを加え生成した色素を抽出した。酢酸エチル溶液を水洗した後濃縮し、析出した結晶をろ過することにより目的とする例示化合物4を1.3g得た。融点は250℃以上であった。

$\lambda_{\max} 560.9\text{nm}$ 、 $\epsilon 52100 \text{ l} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$

実施例4 例示化合物2の合成

アニリン11.7gをN, N'-ジメチルイミダゾリン-2-オン50ccに溶解し、室温で攪拌下2, 4, 6-トリクロロピリミジン3.7gを滴下した。2時間攪拌の後徐々に加熱し、150℃で2時間攪拌した。反応液を冷却した後300ccの水を加え析出した結晶をろ過し、水洗、乾燥

例示化合物10、11及び12を得た。融点はいずれも250℃以上であった。(ε: l·mol⁻¹·cm⁻¹単位)

例示化合物10 $\lambda_{\max} 570.4\text{nm}$ 、 $\epsilon 50900$

例示化合物11 $\lambda_{\max} 571.2\text{nm}$ 、 $\epsilon 54000$

例示化合物12 $\lambda_{\max} 549.4\text{nm}$ 、 $\epsilon 60200$

実施例1~8で得られた例示化合物1、2、4、5、7及び11の可視吸収スペクトルを第1図~第6図にそれぞれ示した。メタノールを溶媒とし約 2.0×10^{-4} mol/lの濃度で測定した。

(発明の効果)

本発明の色素はハロゲン化銀カラー写真、カラー電子写真、インクジェット方式、感熱転写方式、印刷等における画像形成用色素あるいはハロゲン化銀カラー写真感光材料用、固体撮像管やカラー液晶テレビ用フィルター染料として有用である。

本発明の色素は前記説明及び実施例から明らか

なように少ない工程数で製造できる製造面、コスト面に優れる。

本発明の色素は高い融点が示すように熱的に対する堅牢性に優れ、かつ分子吸光係数の大きいという優れた特性を有する。

4. 図面の簡単な説明

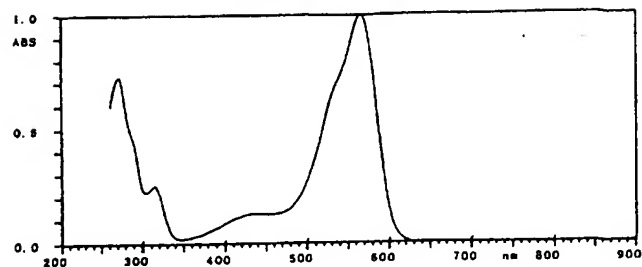
第1図～第6図は実施例で得られた例示化合物1、2、4、5、7及び11の可視吸収スペクトルをそれぞれ示す。

特許出願人 富士写真フイルム株式会社

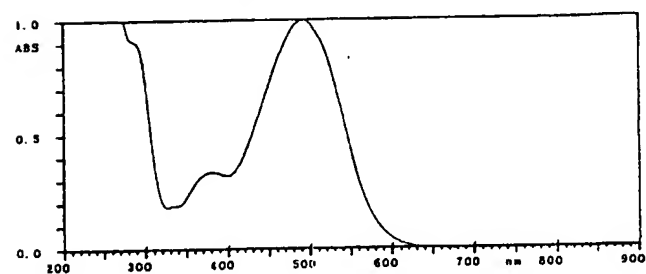
代理人 井理士 飯田 敏 三



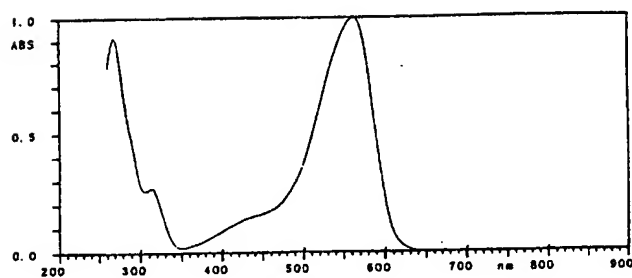
第 1 図



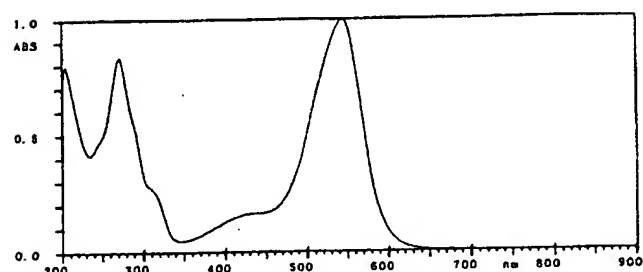
第 2 図



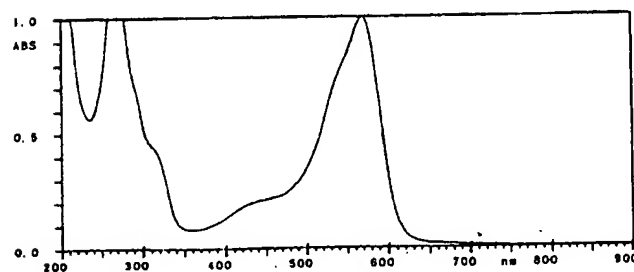
第 3 図



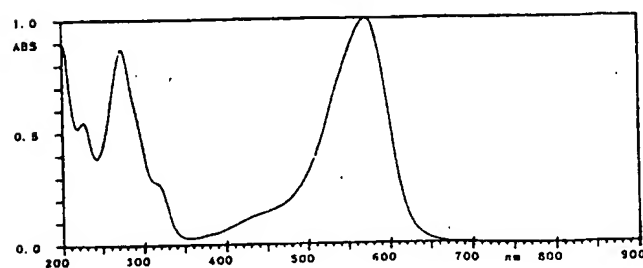
第 5 図



第 4 図



第 6 図



手続補正書(自発)

平成2年3月9日

特許庁長官 吉田文毅 殿

1. 事件の表示

平成1年特許願第120374号



2. 発明の名称

アミノピリミジンアゾメチン色素と
その製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 神奈川県南足柄市中沼210番地

名称 (520) 富士写真フイルム株式会社

代表者 大西 寛

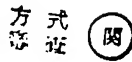
4. 代理人

住所 東京都港区新橋3丁目7番3号

ミドリヤ第2ビル 7階

電話 東京03(591)7387

氏名(7643) 弁護士 飯田 敏 三



5. 補正命令の日付 自発

6. 補正の対象

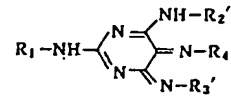
明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7. 補正の内容

(1) 明細書第6ページ第2行の「アゾメチン染料」を「アゾメチン色素」に補正します。

(2) 同書第11ページ第4行の「アゾメチン染料」を「アゾメチン色素」に補正します。

(3) 同書第12ページ最下行左側の化学式を



に補正します。

(4) 同書第13ページ第2～3行及び同第10～11行の「アゾメチン染料」をそれぞれ「アゾメチン色素」に補正します。

(5) 同書第18ページ第19行の「好ましい。」の次に「脱水剤として無水酢酸を用いてもよい。」を加入します。

(6) 同書第24ページ第8行の「11の」の次に「メタノール中で測定した」を加入します。

(以上)